

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 404 307**

51 Int. Cl.:

C03B 27/012 (2006.01)

C03B 27/02 (2006.01)

C03C 17/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.09.2009** **E 09782746 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.12.2012** **EP 2334612**

54 Título: **Procedimiento para la fabricación de un cristal endurecido térmicamente**

30 Prioridad:

08.09.2008 DE 102008046044

17.12.2008 DE 102008062362

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

27.05.2013

73 Titular/es:

TU BERGAKADEMIE FREIBERG (100.0%)

Akademiestrasse 6

09599 Freiberg, DE

72 Inventor/es:

HESSENKEMPER, HEIKO y

KRETZSCHMER, MICHAEL

74 Agente/Representante:

ISERN CUYAS, María Luisa

ES 2 404 307 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la fabricación de un cristal endurecido térmicamente

La invención se refiere a un procedimiento de acuerdo con el preámbulo de la reivindicación 1.

Desde el punto de vista económico, los cristales que han recibido un tratamiento de estrechamiento o ennoblecimiento en su superficie desempeñan un papel de importancia creciente, en donde los cristales térmicamente endurecidos componen una parte esencial de este grupo. Este tipo de endurecimiento de la superficie encuentra una aplicación en especial en aquellos casos en los que se requieren propiedades mecánicas, en especial resistencias mecánicas, por ejemplo, en el sector automotor, en la arquitectura y en la alimentación con energía solar. Los denominados cristales de seguridad de un solo paño o de una sola capa (ESP, Einscheibensicherheitsgläser) han sido definidos en una norma especial en cuanto a sus propiedades, métodos de ensayo, etc. Esta norma se reproduce en DIN EN 12150-1: Cristal de seguridad de un solo paño a base de sodio y cal, térmicamente pretensado, noviembre de 2000. Cabe observar que esta norma existe solamente para cristales con un espesor mínimo de 3 mm. Un análisis del mercado muestra que, de hecho, en el mercado, sólo pueden obtenerse cristales con un espesor superior o igual a 2,8 mm. Los cristales delgados endurecidos térmicamente con espesores manifiestamente inferiores a 2,8 mm, con propiedades mecánicas iguales o incluso manifiestamente mejorados en calidad de cristales ESG, tendrían como consecuencia una optimización estratégica en campos de aplicación sumamente diversos, en cuanto a las reducciones de peso, reducciones de costes, mejores propiedades de transmisión, e inclusive hasta ventajas logísticas; como componentes de productos tales como cristal de seguridad laminado o de varias capas (VSG, Verbundsicherheitsglas), cristal blindado o cristales de aislamiento de vacío, cabe imaginar otra vez una gran cantidad de nuevos campos de aplicación, mercados y reducciones de costes.

Por ello, se presenta la cuestión de por qué no existen estos cristales delgados térmicamente endurecidos con marcadas propiedades de compresión elevadas. Al respecto, cabe tener en cuenta el proceso de fabricación. En primera instancia, se calientan los cristales ESG, en el caso de una composición normal de cristal de silicato a base de sodio y cal como, por ejemplo, cristal flotado a una temperatura de aproximadamente 680 °C. A continuación, tiene lugar un shock de enfriamiento, seguido por duchas de aire, que inicialmente enfrían la superficie, en donde junto con un gradiente de temperaturas inicial en la superficie, se originan tensiones de tracción que, en el enfriamiento hasta temperatura ambiente del cuerpo de cristal en su conjunto, se convierten en tensiones de compresión en la superficie. Los procesos correspondientes han sido detalladamente descritos y cuantificados en: W. Kiefer: Thermisches Vorspannen von Gläsern niedriger Wärmeausdehnung (Pretensado térmico de cristales de baja dilatación térmica) Glastechnische Berichte 57 (1984) Nr. 9, págs. 221-228. En el caso de cristales delgados que son endurecidos térmicamente, para lograr iguales tensiones de compresión, son necesarios gradientes de temperatura más grandes, que solamente son posibles mediante un enfriamiento más intensivo. Sin embargo, si bien en principio esto es posible, por ejemplo, mediante enfriamiento con líquido, esto lleva a que las tensiones de tracción temporales generadas en la superficie destruyan el cristal. Si bien se emplean enfriamientos mediante líquido, por ejemplo, en el caso de cristales de silicato de boro, esto es posible solamente por el hecho de que ellos tienen coeficientes de dilatación manifiestamente inferiores, y representan tan sólo aproximadamente el 40% de un cristal flotado usual en el comercio. Sin embargo, con ello a temperatura ambiente, las tensiones de tracción que se presentan y las tensiones de compresión permanentes marcadas bajo igual enfriamiento también tienen un correspondiente valor reducido. Si ahora se desea enfriar más aún un cristal de silicato sodocálcico, la distribución de la resistencia de una carga de cristal seguida por una creciente velocidad de enfriamiento destruiría una cantidad creciente de cristales durante el proceso del enfriamiento. En principio, pueden concebirse cristales ESG de 2 mm, pero solamente una fracción de una carga de cristal superaría intacta esta etapa de tratamiento, lo que explica la ausencia en la industria de tales cristales a pesar del considerable interés comercial.

La invención tiene el objetivo técnico de desarrollar un procedimiento para la fabricación de cristales térmicamente endurecidos con espesores inferiores a 2,8 mm. Este objetivo se logra mediante un procedimiento que tiene las características de la reivindicación 1.

El documento D1 revela un procedimiento para la fabricación de un cristal térmicamente endurecido con un espesor de 2,2 mm, en el que, en una primera parte del procedimiento, el cristal se calienta solamente en una parte central a excepción de una parte periférica, y en una segunda etapa del procedimiento, se lo somete a un shock de enfriamiento. Un tratamiento térmico restringido a la parte periférica se lleva a cabo mediante corte por láser. Se lleva a cabo un shock de enfriamiento a la parte periférica con CO₂ o mediante vapor de nitrógeno líquido.

Ahora bien, la idea fundamental del nuevo procedimiento se basa en que los cristales por endurecer térmicamente son expuestos antes o durante el proceso de calentamiento a procedimientos que elevan la resistencia de los cristales.

Dentro de los alcances de los perfeccionamientos de la invención, a tal efecto son útiles los procedimientos de separación o corte mediante láser que se encuentran en el mercado, que elevan la resistencia a la flexión en más del 100%, y que reducen las causas de rotura que se originan desde los bordes. Complementaria o

alternativamente, puede llevarse a cabo un pulimento a la llama con AlCl_3 como se describe en el documento WO 2004/096724 A1, el contenido de cuya divulgación se incorpora en la presente solicitud a título de referencia. Los incrementos de resistencia así logrados permiten ahora obtener elevadas sollicitaciones de tensiones de tracción durante la fase de enfriamiento, con ello un gradiente de temperaturas más elevado, y con ello, en última instancia, elevadas tensiones de compresión a igualdad de espesores o iguales tensiones de compresión con espesores menores, o bien, una combinación de estas dos propiedades mejoradas. Esto puede lograrse mediante un shock de enfriamiento con medios que, en su aplicación, tienen coeficientes de transmisión superiores a $400 \text{ W/m}^2\text{K}$. Diversos métodos de enfriamiento se describen en W. Kiefer: Thermisches Vorspannen von Gläsern niedriger Wärmeausdehnung; Glastechnische Berichte 57 (1984) Nr. 9, págs. 221-228, que pueden emplearse aisladamente o en combinación, en donde el contenido de la revelación de W. Kiefer: Thermisches Vorspannen von Gläsern niedriger Wärmeausdehnung; Glastechnische Berichte 57 (1984) Nr. 9, págs. 221-228 se incorpora en la presente a título de referencia en el contenido de revelación de la solicitud.

Este método, basado en medidas preconectadas del proceso, para incrementar la resistencia, es posible para cristales de cualquier composición, siendo posible incrementar en cada caso los coeficientes de enfriamiento a partir de los coeficientes de dilatación originales, en la amplitud correspondiente, por el hecho de que el incremento a corto plazo de la resistencia a la tracción es efectivo durante el proceso de enfriamiento.

Ahora bien, además de una reducción considerable de los costes, la posibilidad de emplear fases líquidas para el endurecimiento térmico de cristales de silicato sodocálcico implica también otras ventajas. Frecuentemente se desea ennoblecer o estrechar las superficies, es decir, desde el punto de vista de las propiedades ópticas y de la resistencia a los ataques de los agentes químicos. Esto puede lograrse de manera conocida y duradera mediante un enriquecimiento de SiO_2 en la superficie, reduciendo junto con un menor índice de refracción las pérdidas por reflexión, elevando la transmisión y, al mismo tiempo, incrementando la resistencia a los agentes químicos. En principio, esto puede lograrse mediante dos medidas:

- 1) Un empobrecimiento en otros elementos, por ejemplo una desalcalinización. Ejemplo: mediante un enfriamiento con una solución de sulfato de sodio al 3% (en peso), es posible duplicar la resistencia hidrolítica y, al mismo tiempo, se mejora la transmisión en un 5% a expensas de la reflexión.

- 2) Un aporte de una solución de SiO_2 con la solución acuosa durante el enfriamiento, en donde pueden utilizarse las soluciones conocidas de la técnica de sol - gel, a efectos de lograr una optimización adicional de las propiedades desde el punto de vista de las propiedades mecánicas, químicas y ópticas.

En este caso, la aplicación en forma de película de capa delgada, reactiva, se combina con el método del endurecimiento térmico, posibilitado gracias a la utilización de fases líquidas para enfriar cristales también con elevados coeficientes de dilatación, lo que, nuevamente, se hace posible gracias a la utilización de medidas de resistencia creciente.

Un perfeccionamiento especialmente preferido conduce a otra configuración del procedimiento para la fabricación de cristales térmicamente endurecidos de acuerdo con el concepto de la invención o de acuerdo con uno de sus perfeccionamientos antes descritos.

En especial, el concepto explicado con anterioridad tiene como objetivo desarrollar un procedimiento para la fabricación de cristales térmicamente endurecidos con espesores inferiores a 2,8 mm. La idea fundamental se basa en que los cristales por endurecer térmicamente son expuestos antes o durante el proceso de calentamiento, lo que eleva la resistencia de los cristales. A tal efecto, son adecuados los procedimientos de separación mediante láser disponibles en el mercado, que elevan la resistencia en más del 100% y que reducen las causas de roturas originadas en los bordes. Complementaria o alternativamente, es posible llevar a cabo un pulimento a la llama o un tratamiento con AlCl_3 . Los incrementos de resistencia así logrados permiten obtener ahora sollicitaciones de tensiones de tracción más elevadas durante la fase del enfriamiento, con ello un gradiente de temperatura más elevado y, con ello, por último, tensiones de compresión más elevadas con igualdad de espesor, o iguales tensiones de compresión para espesores menores, o bien, una combinación de estas dos propiedades mejoradas. Esto se logra mediante un shock de enfriamiento con medios que, en la aplicación, tienen coeficientes de transmisión térmica mayores a $400 \text{ W/m}^2\text{K}$.

Como información adicional, es sabido que un shock de enfriamiento con medios líquidos es difícil de manipular en vistas de un enfriamiento controlado, por lo que debe respetarse un intervalo de seguridad para evitar la rotura de cristales. Debido al proceso de calentamiento y de enfriamiento, la fabricación de cristales térmicamente endurecidos insume mucha energía.

El perfeccionamiento especialmente preferido tiene como objetivo desarrollar el procedimiento de acuerdo con el concepto de la invención en un grado tal que sea posible producir cristales térmicamente endurecidos con un menor consumo de energía, utilizándose un shock de enfriamiento controlado.

Como ampliación, este objetivo se logra introduciendo los cristales fríos en un enfriador de placas con posibilidad de

calentamiento, se los calienta a una temperatura superior a la temperatura de transformación de cristal, pudiendo tener las superficies del material que se hallan en contacto con el cristal una temperatura máxima a la cual el cristal tendría una viscosidad superior a $10^{8,5}$ Pascales; seguidamente, se someten a un enfriamiento controlado, y se retiran fríos del enfriador de placas. El enfriador de placas empleado puede consistir en metales diversos, por ejemplo, cobre, aluminio, acero y otros, también aleaciones. Este enfriador de placas debería poseer una posibilidad de calentamiento y de enfriamiento, a efectos de poder ajustar en el cristal los gradientes de temperatura correspondientemente necesarios para diversos cristales (en función de su composición química, espesor). Además de un correspondiente coeficiente de penetración del calor, el material también debería poder hacer frente sin cambios de forma permanente por la temperatura, ya sea como material monolítico o como combinación de materiales, por ejemplo, como abrazadera alrededor del material de base. El enfriamiento controlado se logra por el hecho de que, durante el proceso de enfriamiento, se mide la diferencia de temperaturas entre la superficie del cristal y el medio del cristal, y porque se utiliza esta magnitud para el control del proceso de enfriamiento. La temperatura de la superficie puede comprobarse mediante termoelementos en la superficie del enfriador de placas mediante una medición con pirómetro en el intervalo de 5 μm . Mediante un pirómetro enfocado de alta resolución, que es movido lateralmente ida y vuelta sobre el espesor del cristal, es posible identificar una temperatura máxima durante el enfriamiento, o bien es posible determinar un perfil de temperaturas a través de la sección transversal. El paño de cristal representa en su espesor un radiador negro, por lo que suponiendo una distribución estable de las temperaturas mediante el espesor, a través del área total puede medirse la temperatura interna durante la totalidad del proceso de enfriamiento. En la Figura 11, se han representado los resultados de las mediciones hechas con pirómetro orientable en un paño de cristal flotado de 8 mm. La temperatura interna medida puede utilizarse para el control del proceso de enfriamiento.

El gradiente de temperaturas se basa en el espesor del cristal y en las propiedades específicas del cristal en función de la temperatura tales como coeficiente de dilatación, conductividad térmica efectiva, magnitudes elásticas. Para el control de la conductividad térmica efectiva y con el objeto de lograr un contacto uniforme, es posible recomendar la utilización de "agentes lubricantes" especiales que, en lo posible, permiten paralelamente un ennoblecimiento de las superficies del cristal, por ejemplo, jabones de aluminio, materiales desalcalinizantes, etc. (por ejemplo: sulfatos (sulfato de amonio) o cloruros (cloruro de aluminio)). Como métodos de enfriamiento y de calentamiento, se utilizan métodos directos e indirectos (calentamiento por resistencia, calentamiento inductivo, calentamiento mediante llama. Enfriamiento: agua, sales (utilización del calor de la conversión de los agregados), enfriamiento por aire y combinaciones de los diversos métodos.

Gracias a una conformación paralela impuesta, el enfriamiento de los paños elimina el problema de las ondulaciones en el caso de paños de cristal delgados. Con los paños flexibles, es posible una conformación antes de que presente el endurecimiento térmico por enfriamiento. Con ello, se hacen posibles geometrías no planas con un endurecimiento térmico.

Seguidamente y con ayuda de los dibujos, se describen ahora ejemplos de realización de la invención. Dichos dibujos no representan necesariamente los ejemplos de realización en escala; al contrario, son dibujos que sirven para la explicación, y se los ha esbozado en forma de esquema, ligeramente distorsionados. Para completar las enseñanzas inmediatamente reconocibles de los dibujos, se remite a la literatura técnica específica del estado de la técnica. En este caso, cabe tener en cuenta que es posible llevar a cabo múltiples modificaciones y variaciones en cuanto a la forma y detalle de una forma de realización, sin apartarse por ello de la idea general de la invención. Las características reveladas en la memoria descriptiva, en los dibujos así como también en las reivindicaciones, pueden ser esenciales tanto individualmente como también en cualquier combinación para el perfeccionamiento de la invención. Además, dentro de los alcances de la invención, recaen todas las combinaciones de por lo menos dos de las características reveladas en la memoria descriptiva, en los dibujos y/o en las reivindicaciones. La idea general de la invención no se limita a la forma exacta ni a los detalles de la realización preferida mostrada y descrita a continuación; tampoco se limita a un objetivo que estaría delimitado en comparación con el objeto reivindicado en las reivindicaciones. Para los intervalos de dimensionamiento indicados, también debería ser posible aplicar y reivindicar los valores situados dentro de los valores límite mencionados. Por razones de sencillez, para la o las partes idénticas o similares que tengan funciones idénticas o similares, se utilizan los mismos números de referencia.

Otras ventajas, características y detalles de la invención resultan de la siguiente descripción de las realizaciones preferidas de la invención, así como también con ayuda de los dibujos, en los cuales:

la Fig. 1 representa una imagen de los daños experimentados por un paño de cristal de 4 mm de espesor, que ha sido tratado dentro del marco de una realización preferida del procedimiento de acuerdo con el Ejemplo 1;

la Fig. 2 representa una imagen de los daños experimentados por un paño de cristal de 2 mm de espesor, que ha sido tratado dentro del marco de una realización preferida del procedimiento de acuerdo con el Ejemplo 2;

la Fig. 3 representa una imagen de los daños experimentados con un paño de cristal de 2 mm de espesor, que ha sido tratado en el marco de una realización preferida del procedimiento de acuerdo con el Ejemplo 3;

la Fig. 4 representa un esbozo esquemático con explicación de la instalación de un calentador de placas o bien

enfriador de placas para una realización del perfeccionamiento especialmente preferido del procedimiento;

la Fig. 5 representa un esbozo esquemático con explicación de una instalación tándem de una realización del perfeccionamiento especialmente preferido del procedimiento;

la Fig. 6 representa imágenes de roturas de paños con explicaciones, que han sido tratados de acuerdo con una realización del perfeccionamiento especialmente preferido del procedimiento, bajo enfriamiento de contacto;

la Fig. 7 representa una imagen de rotura de un paño con explicación en forma de comparación 4 mm (izquierda) y 2 mm (derecha) después de endurecimiento térmico y/o enfriamiento por contacto, de acuerdo con una realización del perfeccionamiento especialmente preferido del procedimiento;

la Fig. 8 representa imágenes de rotura de paños con explicación, que han sido tratados de acuerdo con una realización del perfeccionamiento especialmente preferido del procedimiento, con enfriamiento por contacto;

la Fig. 9 representa la imagen de un ensayo de tensiones de un paño de 2 mm con explicación, que ha sido tratado de acuerdo con una realización del perfeccionamiento especialmente preferido del procedimiento bajo enfriamiento por contacto;

la Fig. 10 representa la imagen de un ensayo de tensiones con explicación de un paño de cristal para automóvil, tratado de manera convencional; y

la Fig. 11 representa resultados con explicación, de una medición hecha con pirómetro orientable en un paño de cristal flotado de 8 mm, que ha sido tratado de acuerdo con una realización del perfeccionamiento preferido del procedimiento.

El procedimiento de acuerdo con el concepto de la invención se explica con ayuda de los siguientes ejemplos.

Ejemplo 1

Un paño de cristal flotado a base de cristal de silicato sodocálcico comercial con un espesor de 4 mm, recortado mediante cortado láser; se calienta a una temperatura integral de 680 °C, y después de su extracción del horno se enfría en ambos lados mediante enfriamiento por rociado durante un máximo de 30 segundos a razón de 1 l por minuto sobre un área de dos veces 100 centímetros cuadrados. Mediante la utilización de un punzón de impacto asequible en comercios, se obtiene la imagen de los defectos representada en la Figura 1. Un paño de cristal flotado comparable no recortado mediante cortado láser se rompió durante el enfriamiento por rociado.

Ejemplo 2

Un paño de cristal flotado a base de cristal de silicato sodocálcico comercial con un espesor de 2 mm, recortado mediante cortado láser; se calienta a una temperatura integral de 680 °C, y después de su extracción del horno, se enfría en ambos lados mediante enfriamiento por rociado durante un máximo de 30 segundos a razón de 2 l por minuto sobre un área de dos veces 100 centímetros cuadrados.

Con la utilización de un punzón de impacto normalizado asequible en comercios, se obtiene la imagen de los defectos representada en la Figura 2. Un paño de cristal flotado comparable no recortado mediante corte láser se rompió durante el enfriamiento por rociado.

Ejemplo 3

Un paño de cristal flotado a base de cristal de silicato sodocálcico comercial con un espesor de 4 mm, recortado mediante cortado láser, se calienta a una temperatura integral de 680 °C. Junto con el tratamiento tiene lugar, al mismo tiempo, un tratamiento con cloruro de aluminio. Después de su extracción del horno, el cristal se enfría en ambos lados mediante enfriamiento por rociado durante un máximo de 30 segundos a razón de 4 l por minuto sobre un área de dos veces 100 centímetros cuadrados. Mediante la utilización de un punzón de impacto normalizado asequible en comercios, se obtiene la imagen de los defectos representada en la Figura 3. Un paño de cristal flotado comparable no recortado mediante cortado láser se rompió durante el enfriamiento por rociado.

Los siguientes ejemplos explican el procedimiento de acuerdo con el perfeccionamiento especialmente preferido de la invención.

La Figura 4 muestra el principio de una instalación para el endurecimiento térmico según el procedimiento de acuerdo con la invención. Es especialmente ventajosa la configuración del procedimiento en la modalidad en la cual dos enfriadores de placas se combinan entre sí mediante enfriamiento y calentamiento alternados con inclusión de un medio portador de calor y depósito de almacenamiento como instalación tándem. Si se enfría la instalación A, con este medio se calienta la instalación B, e inversamente. El principio ha sido representado en la Figura 5.

Ejemplo 4

Un paño de cristal flotado a base de cristal de silicato sodocálcico comercial con un espesor de 4 mm, recortado mediante cortado de láser a un tamaño de 100 mm x 100 mm, se calentó sobre una base resistente al fuego en un horno de mufla con una temperatura de horno de 750 °C durante cuatro minutos. Una medición efectuada con un termoelemento entre la base y el paño de cristal puso de manifiesto que la temperatura de paño había llegado a por lo menos 700 °C. Después del calentamiento, el paño de cristal se extrajo del horno junto con la base y se introdujo entre las placas de enfriamiento. Para perder la menor cantidad posible de calor, este procedimiento debe efectuarse muy rápidamente. En el caso de los ensayos llevados a cabo, el tiempo insumido entre la colocación del paño de cristal en el horno y la colocación entre las placas de enfriamiento fue inferior a cuatro segundos. Para el paño de cristal de 2 mm de espesor, el tiempo de permanencia entre las placas de enfriamiento fue de dos minutos.

Para los ensayos de laboratorio, se emplearon placas de enfriamiento de dos materiales distintos: grafito y acero. Las placas de acero se calentaron a una temperatura de aproximadamente 90 °C, para que la transmisión de calor desde el cristal hacia el interior de la placa de enfriamiento no llegara a ser demasiado extrema. Las placas de grafito no se calentaron por separado, sino que se calentaron por sí solas muy bien durante una cantidad menor de pasos de ensayo. A efectos de asegurar una superficie con la mejor calidad posible en los paños de cristal y un buen contacto del cristal con las placas de enfriamiento, se estrecharon o bien se pulieron las placas de enfriamiento (grafito y acero) en uno de sus lados. Algunos paños de cristal fueron destruidos con un punzón autodisparador, a efectos de evaluar la imagen de rotura. En este caso, se introdujo un lugar de fallo exactamente en el centro del paño de cristal.

Las imágenes de rotura obtenidas (Figura 6 y Figura 7) fueron claramente mejores que lo prescrito en la norma DIN para un cristal de seguridad de una hoja (DIN 12150; ESG).

Ejemplo 5

Un paño de cristal flotado a base en cristal de silicato sodocálcico comercial con un espesor de 2 mm se trató de manera análoga al Ejemplo 4. En este caso, las placas de enfriamiento de acero se calentaron a una temperatura de 80 °C. Algunos paños de cristal se destruyeron con un punzón autodisparador a efectos de evaluar la imagen de rotura. En este caso, se introdujo un lugar de fallo exactamente en el centro del paño de cristal.

Las imágenes de rotura obtenidas (Figura y Figura 8) fueron claramente mejores que lo prescrito en la norma DIN para un cristal de seguridad de una hoja (DIN 12150; ESG, Thermisch vorgespanntes Kalknatron-Einscheibensicherheitsglas). La Figura 9 muestra una imagen de ensayo de tensión de un paño de cristal de 2 mm. Como imagen comparativa, la Figura 10 muestra una imagen de ensayo de tensión de un paño de cristal para automotores tratado convencionalmente.

Ejemplo 6

Para someter los paños de cristal a un ennoblecimiento químico, por una parte, se recubrieron las placas de enfriamiento con un jabón de aluminio, y, por otra parte, se añadió sulfato de aluminio al horno de mufla. Estas posibilidades fueron probadas por separado, y pero también fueron combinadas entre sí. A efectos de evaluar el resultado del tratamiento, se determinó la resistencia hidrolítica de los cristales. Las condiciones del ensayo eran: 48 horas a 90° en el gabinete de secado. Una elevada conductividad representa una mala resistencia química. Se obtuvieron los siguientes resultados:

Tratamiento	Conductividad en $\mu\text{S/cm}$
Ninguno	12,7
Ninguno	17,2
Ninguno	14,0
Jabón de aluminio	6,1
Jabón de aluminio	7,5
Jabón de aluminio	6,6
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	9,7
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	8,5
Jabón de aluminio + $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	6,2
Jabón de aluminio + $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	6,3
Jabón de aluminio + $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	6,3
Jabón de aluminio + $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	4,1
Jabón de aluminio + $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	5,1

Puede observarse que la conductividad disminuye considerablemente con el tratamiento.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la fabricación de un cristal endurecido térmicamente, para lo cual, en una primera etapa del procedimiento, se calienta el cristal en forma de paño con un espesor inferior a 2,8 mm, y en una segunda etapa del procedimiento, se lo expone a un shock de enfriamiento, en donde, antes o después de la primera etapa del procedimiento, se toman medidas que elevan la resistencia del cristal, y en la segunda etapa del procedimiento se lleva a cabo el shock de enfriamiento con medios que, en la aplicación, tienen un coeficiente de transmisión mayor de 400 W/m²K, en donde, antes o durante la primera etapa del procedimiento, se somete el cristal a un procedimiento de separación con láser y/o a un pulimento a la llama y/o a un tratamiento con AlCl₃, y **caracterizado porque**

(a) en la segunda etapa del procedimiento, se lleva a cabo el shock de enfriamiento utilizando fases líquidas mediante enfriamiento por rociado, y/o

(b) en la segunda etapa del procedimiento, se somete el cristal a un enfriamiento controlado bajo guiado de contacto en un enfriador de placas, y se lo extrae frío del enfriador de placas.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** el cristal se proporciona como cristal flotado.

3. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 ó 2, **caracterizado porque** el cristal se trata en su totalidad.

4. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, **caracterizado porque** se eleva integralmente la resistencia del cristal.

5. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, **caracterizado porque** el shock de enfriamiento para el cristal se lleva a cabo de manera plana sobre una superficie del cristal.

6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** el cristal está formado a base de silicato sodocálcico.

7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** el paño tiene un espesor inferior o igual a 2 mm.

8. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado porque**, en la segunda etapa del procedimiento, se lleva a cabo el shock de enfriamiento mediante una solución de sulfato de amonio.

9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado porque**, en la segunda etapa del procedimiento, se lleva a cabo el shock de enfriamiento con ácido sulfuroso.

10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado porque**, en la segunda etapa del procedimiento, se lleva a cabo el shock de enfriamiento con una suspensión acuosa de SiO₂.

11. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** el enfriador de placas tiene placas de enfriamiento de grafito o metal, en especial, un metal seleccionado el grupo que comprende cobre, aluminio, acero, o sus aleaciones.

12. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 u 11, **caracterizado porque** el cristal se introduce frío en un refrigerador de placas con posibilidad de calentamiento, se lo calienta a una temperatura superior a la temperatura de transformación del cristal, en donde las superficies de material que se hallan en contacto con el cristal pueden tener una temperatura máxima a la cual el cristal tendría una viscosidad superior a 108,5 Pas.

13. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1, 11 ó 12, **caracterizado porque**, durante el proceso de enfriamiento, se miden las diferencias de temperatura entre la superficie del cristal y la parte central del cristal y esa magnitud se usa para controlar el proceso de enfriamiento dependiente del espesor del cristal y del tipo de cristal.

14. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 13, **caracterizado porque** se comprueba una temperatura superficial del cristal mediante un termoelemento en una superficie del enfriador de placas o mediante un pirómetro, en especial en el intervalo de 5 µm, y/o mediante un pirómetro enfocado de alta resolución, que se mueve lateralmente ida y vuelta sobre el espesor del cristal, determinándose un perfil de temperaturas sobre una sección transversal del cristal.

15. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 u 11 a 14, **caracterizado porque** se emplean agentes lubricantes en el enfriador de placas.

16. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 15, **caracterizado porque** como, agente lubricante, se emplean jabones de aluminio y materiales descalcinizantes tales como sulfato de amonio o cloruro de aluminio.

5 17. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 u 11 a 16, **caracterizado porque** se combinan dos enfriadores de placas mediante enfriamiento y calentamiento alternados con inclusión de un portador de calor y un depósito de almacenamiento como una instalación tándem.

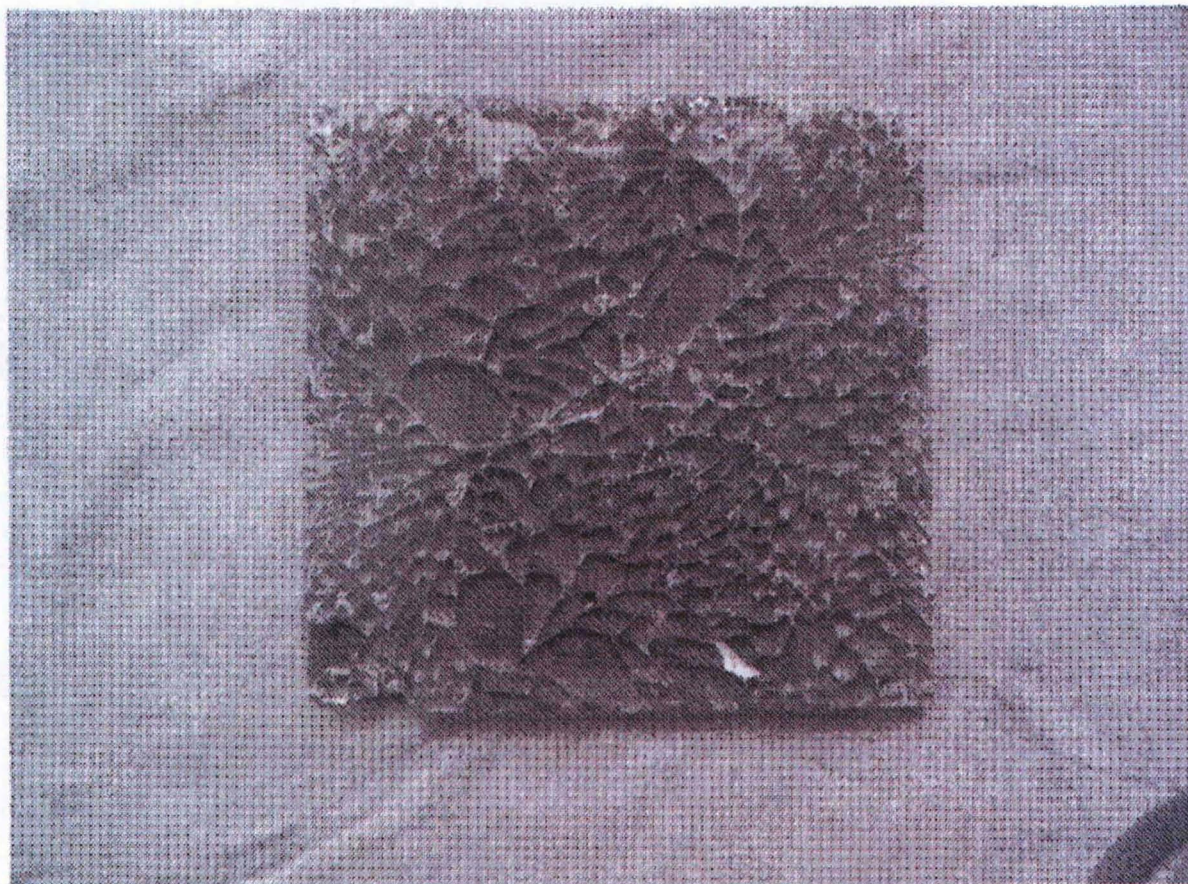


Fig. 1 Imagen de los daños experimentados por un paño de cristal de 4 mm de espesor (10 x 10 cm) tratado de acuerdo con la invención según el Ejemplo 1

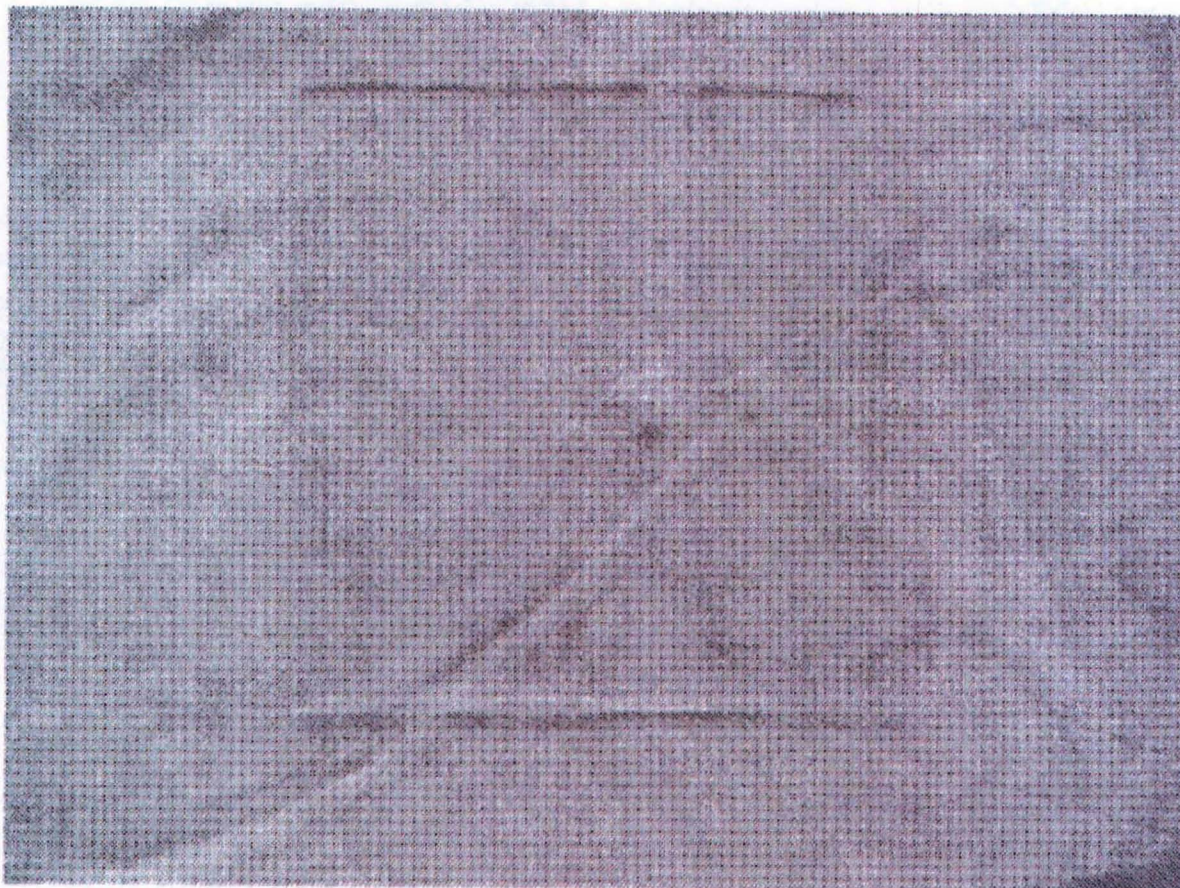


Fig. 2 Imagen de los daños experimentados por un paño de cristal de 2 mm de espesor (10 x 10 cm) tratado de acuerdo con la invención según el Ejemplo 2



Fig. 3 Imagen de los daños experimentados por un paño de cristal de 2 mm de espesor (10 x 10 cm) tratado de acuerdo con la invención según el Ejemplo 3

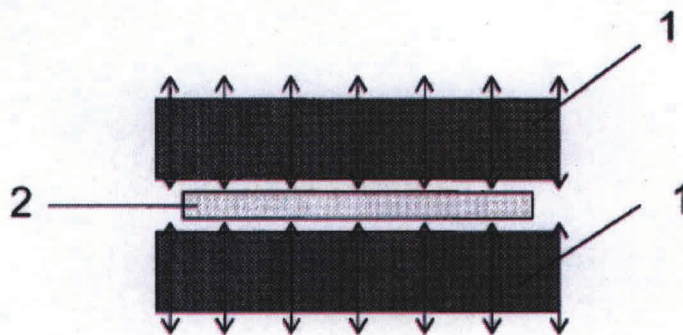


Figura 4. Esquema de instalación de un calentador de placas/enfriador de placas

- 1...Placas de calentamiento/placas de enfriamiento
- 2...Paño de cristal

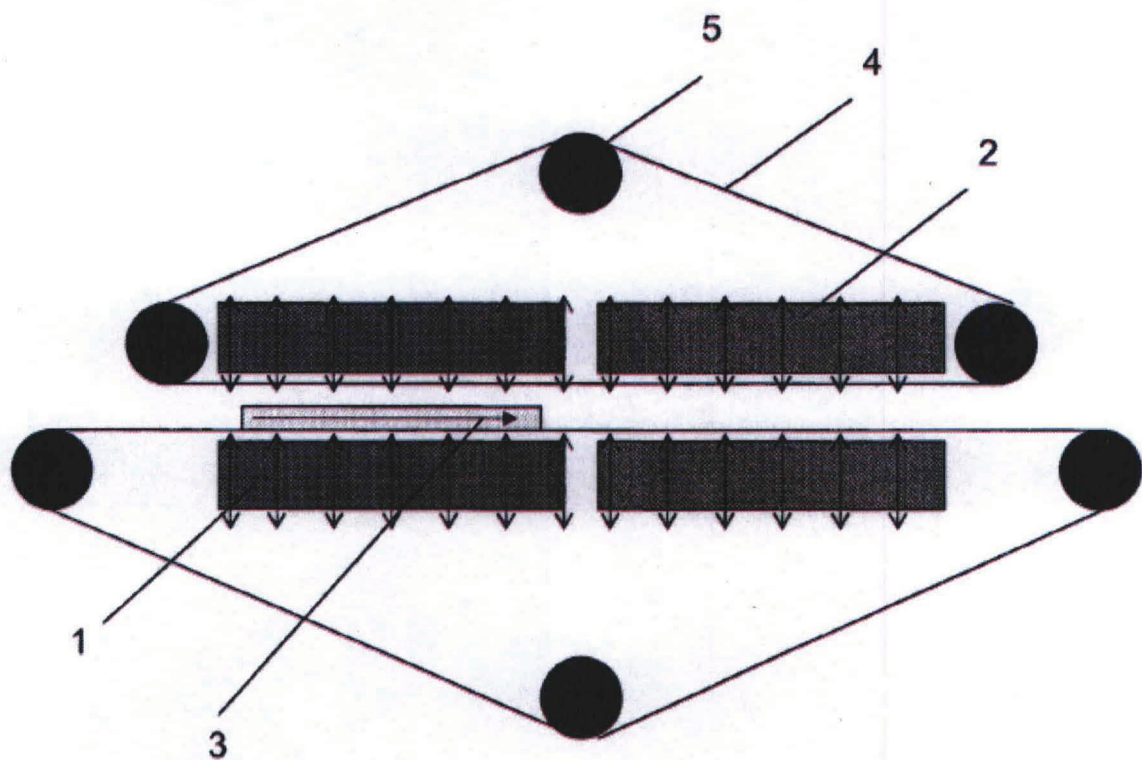


Figura 5. Esquema de instalación tándem

- 1...Placas de calentamiento (placas de refrigeración)
- 2...Placas de enfriamiento (placas de calentamiento)
- 3...Paño de cristal
- 4...Cinta transportadora
- 5...Rodillo de inversión de marcha

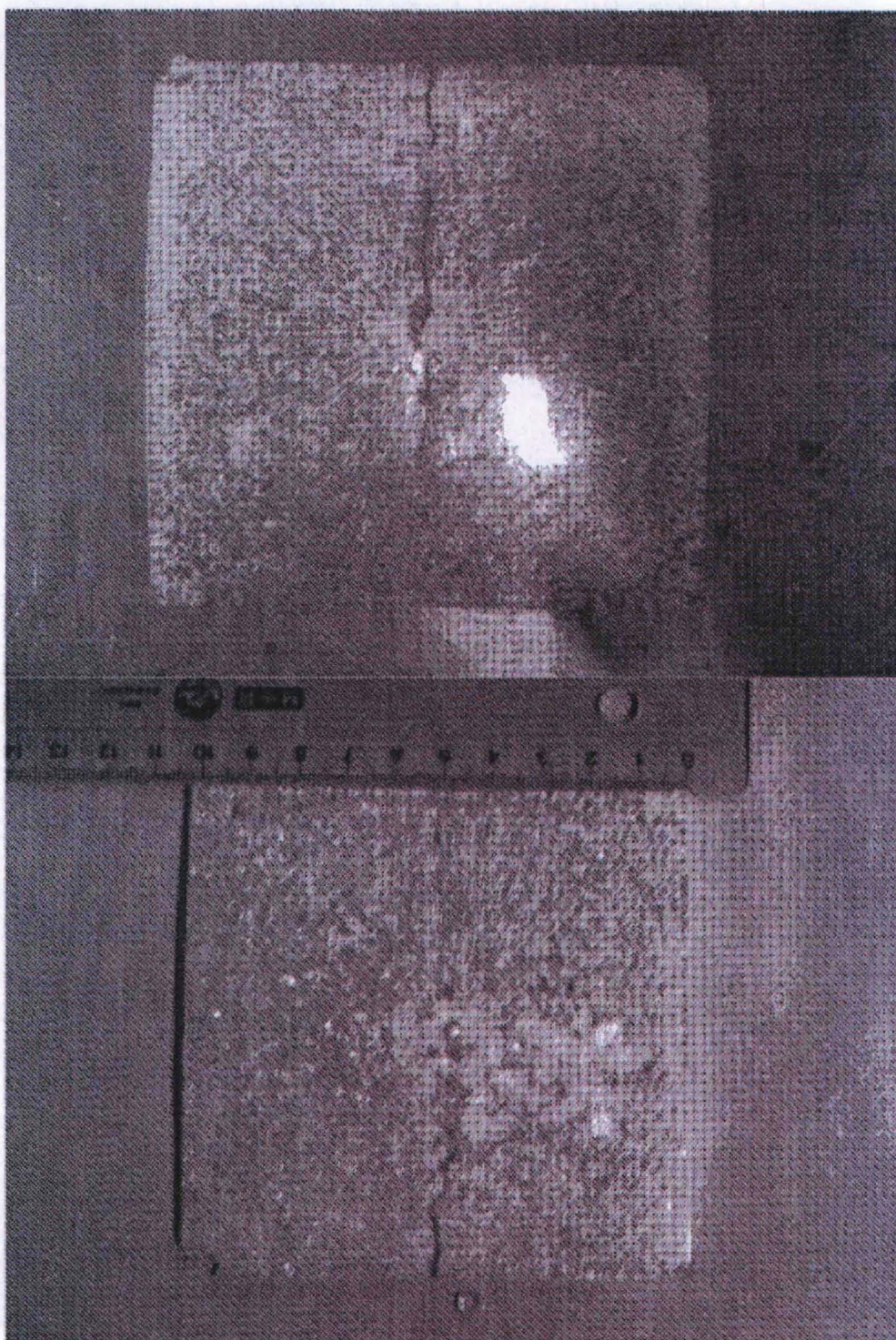


Fig. 6 Paños de 100x 100 x 4 mm; enfriamiento por contacto, destruidos mediante punzón autodisparador; temperatura del horno 750 °C; tiempo de calentamiento 4 min

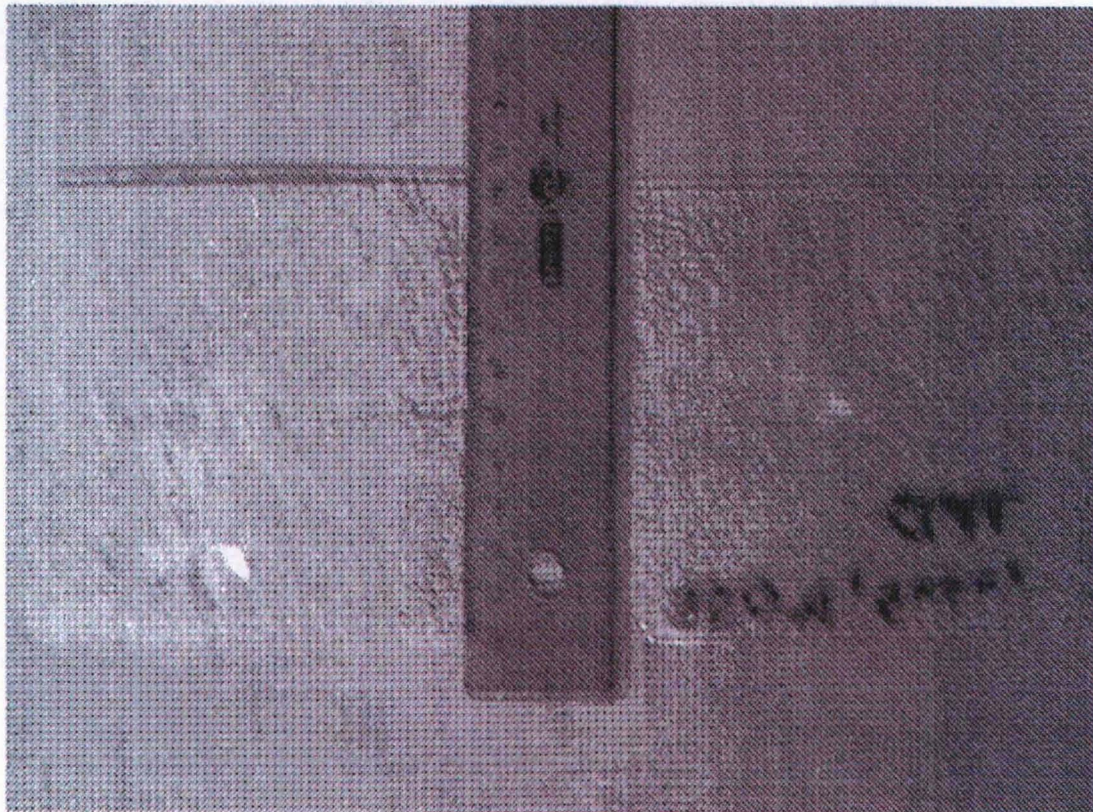


Fig. 7 Paño de comparación de 4 mm (izquierda) y de 2 mm (derecha) después de un enfriamiento por contacto de endurecimiento térmico; temperatura del horno 750 °C, tiempo de calentamiento 4 minutos

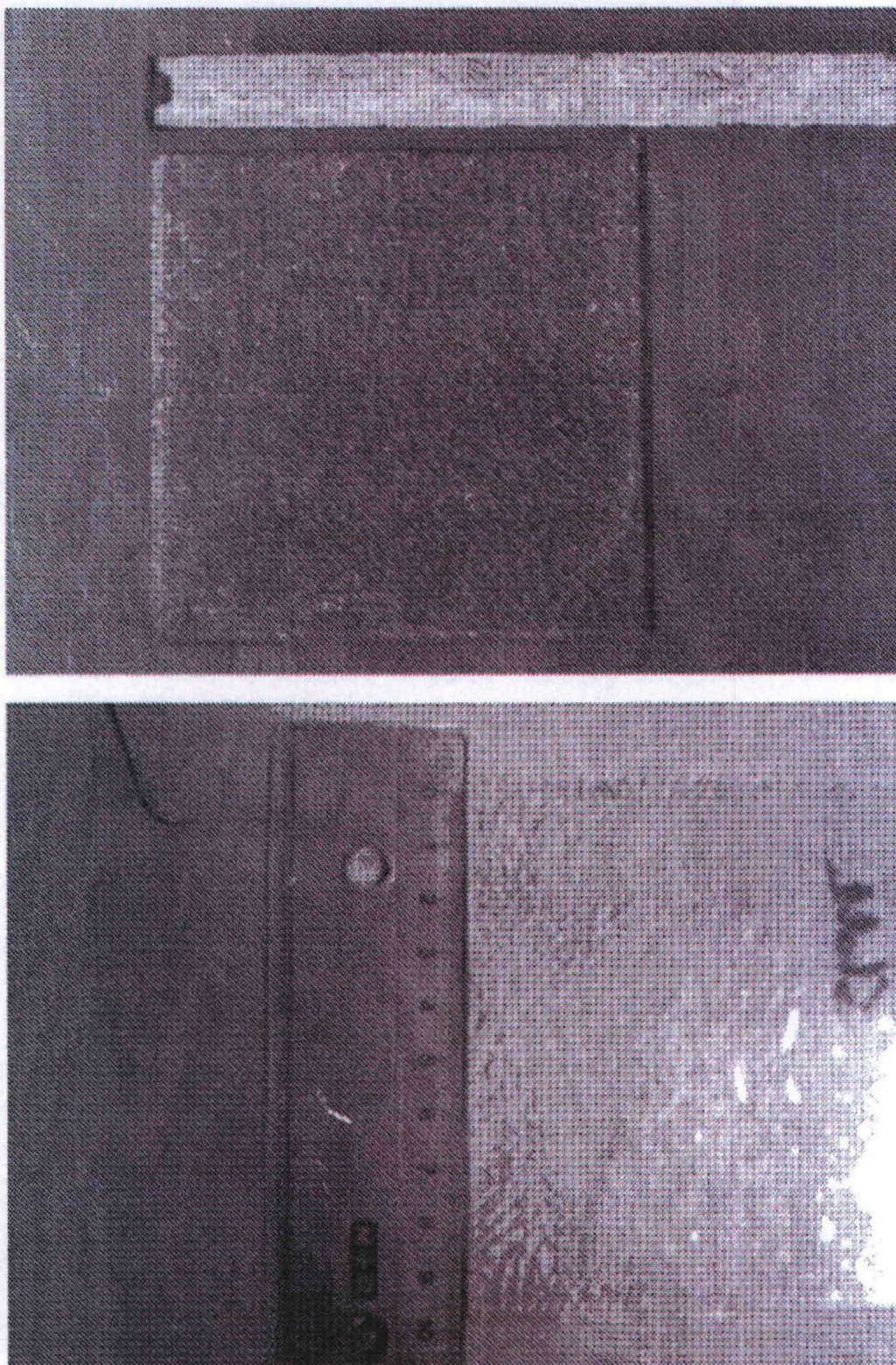


Fig. 8 Paños de 100 x 100 x 4 mm; enfriamiento por contacto; destruido con punzón autodisparador; temperatura del horno 750 °C; tiempo de calentamiento 4 min.

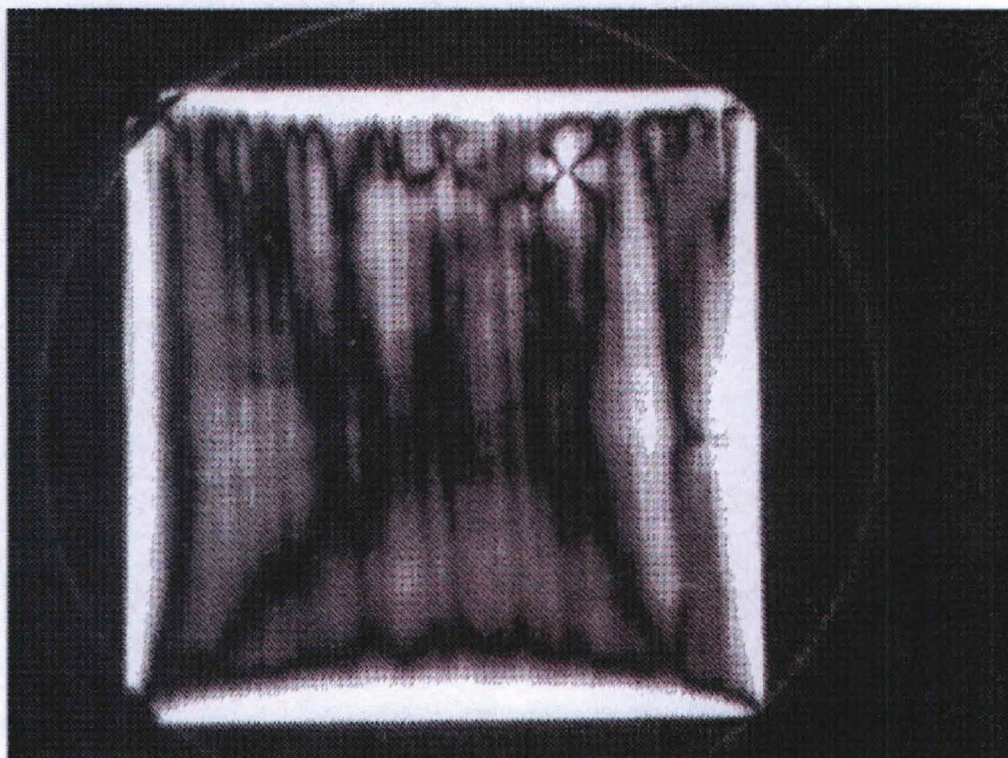


Fig. 9 Paño de 100 x 100 x 2 mm; enfriamiento por contacto; bajo testador de tensiones; temperatura del horno 750 °C; tiempo de calentamiento 4 min

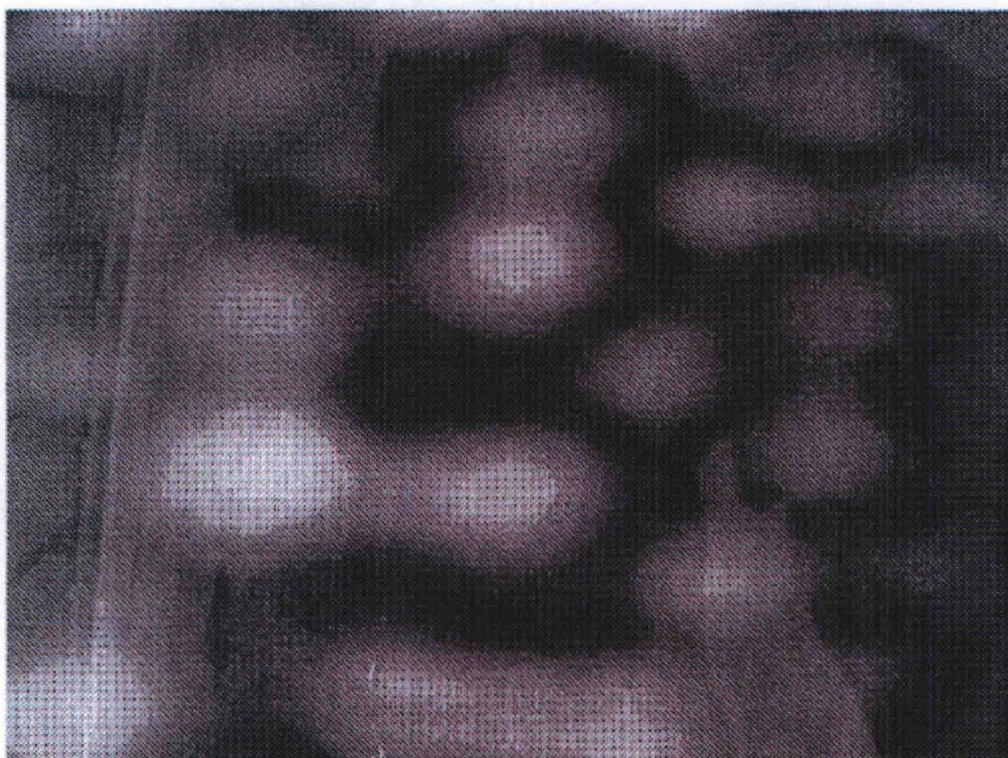


Fig. 10 Paño lateral 4 mm para vehículo KFZ; enfriado convencionalmente (aire); bajo testador de tensiones

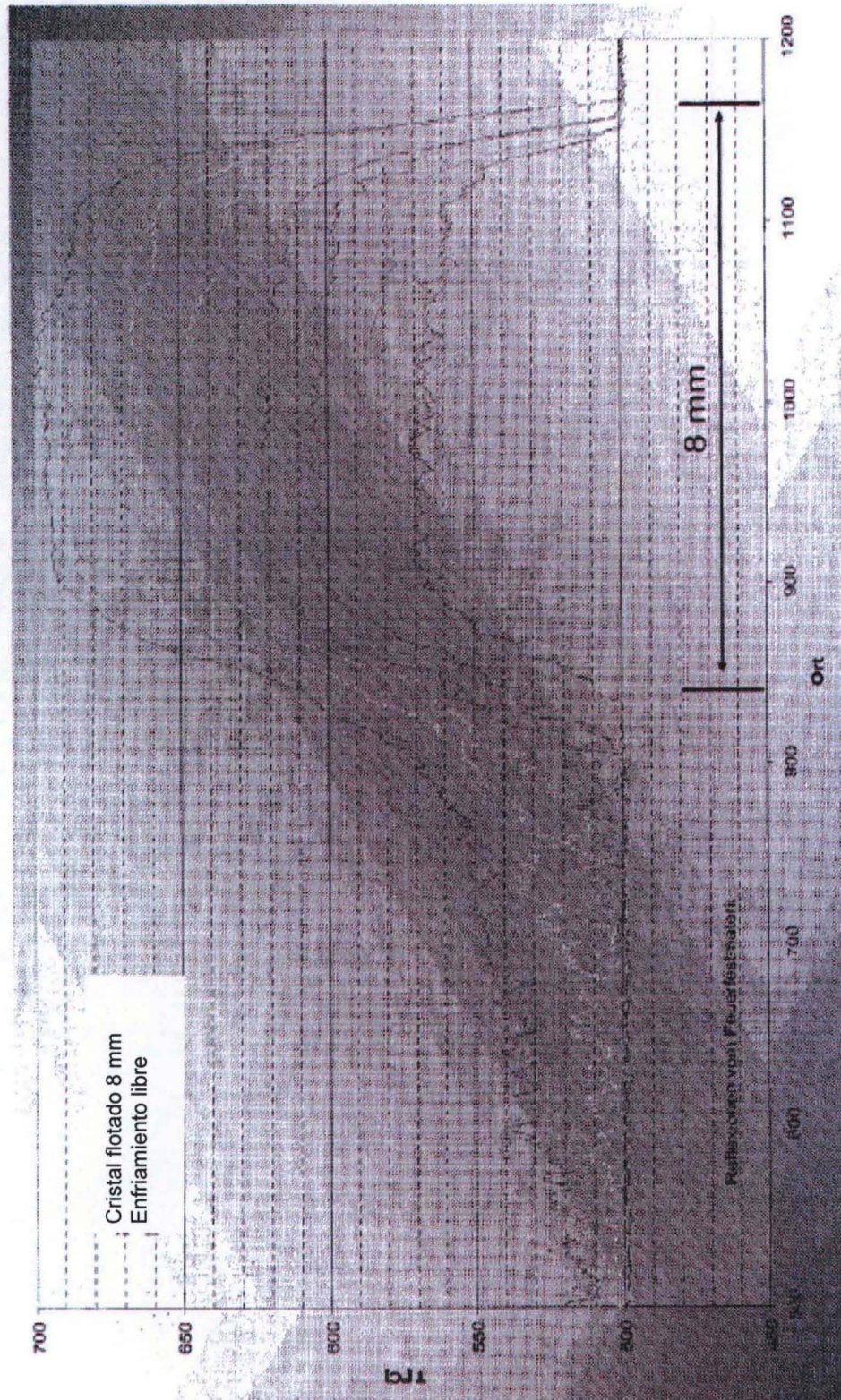


Fig. 11 Medición de la temperatura del cristal con un pirómetro orientable (las curvas han sido registradas separadas entre sí en cada caso 15 en segundos, es decir en el diagrama se ha representado un enfriamiento libre de un paño de cristal flotado de 8 mm de espesor a lo largo de un intervalo de tiempo de aproximadamente dos minutos).